

HIGH STRENGTH CALCIUM SILICATE FORMED BODY AND ITS MANUFACTURE

Publication number: JP3237051 (A)

Publication date: 1991-10-22

Inventor(s): NAKANO MASAYUKI; KURAMOTO RYOZO; OTOZAKI SHIGEO; KANEKO KATSUAKI; SHIBAZAKI HIDEO; TAMURA NORITOSHI

Applicant(s): ONODA CEMENT CO LTD

Classification:

- international: C04B14/42; C01B33/24; C01B33/44; C04B16/02; C04B28/18; C04B40/00; C04B111/30; C04B14/38; C01B33/00; C04B16/00; C04B28/00; C04B40/00; (IPC1-7): C01B33/24; C04B14/42; C04B16/02; C04B28/18; C04B40/00

- European: C04B28/18; C04B28/18C2

Application number: JP19900030597 19900209

Priority number(s): JP19900030597 19900209; CA19912093652 19910809

Also published as:

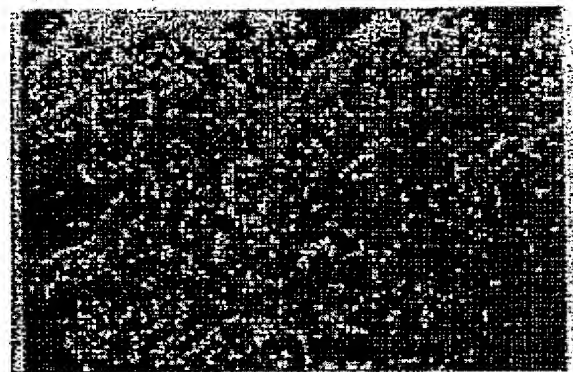
JP2514734 (B2)
EP0562112 (A1)
EP0562112 (A4)
EP0562112 (B1)
US5330573 (A)
WO9302986 (A1)
CA2093652 (A1)
CA2093652 (C)
AU8317291 (A)

<< less

Abstract of JP 3237051 (A)

PURPOSE: To obtain a high strength formed body giving incombustible building materials similar to natural wood by forming a calcareous raw material, a siliceous raw material constituted of crystalline silica and amorphous silica and a fiber constituted of an alkali resistant glass fiber and pulp into a formed body under specified conditions.

CONSTITUTION: The manufacture of this high strength calcium silicate formed body is executed as follows by using a raw material constituted of a calcareous raw material, a siliceous raw material and a fiber constituted of an alkali resistant glass fiber and pulp and in which each blending ratio is regulated to 2 to 10wt.%. Namely, at first, at least a part of a calcareous raw material and amorphous silica is mixed with water and made into slurry of 50 deg.C.; Next, this slurry is heated to ≥ 80 deg.C and is gelatinized, and the obtd. gelatinized product is uniformly mixed together with the residual raw material including an alkali resistant glass fiber. Then, this mixture is subjected to dehydration forming under 3 to 30kgf/cm² pressure to obtain a formed body, and this formed body is brought into a thermal reaction in an autoclave. In this way, the Ti/Qi at the time of power X-ray diffraction in the obtd. formed body is regulated to 0.1 to 1.0, by which the objective high strength calcium silicate formed body can be obtd.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

English Translation-in-part of
Japanese Unexamined Patent Publication No. 237051/1991

(Claim(s))

1. A molding of calcium silicate having high strength comprising calcium silicate hydrate, quartz, tobermorite and a reinforcing material made of glass fiber and pulp, wherein said molding contains 2-10 wt% of said glass fiber and 2-10 wt% of said pulp, a Ti/Qi ratio obtained by powder-X-ray diffraction is 0.1-1.0, wherein Ti represents the intensity of the X-ray diffraction of a (002) face of tobermorite crystal, and Qi represents the intensity of the X-ray diffraction of a (101) face of quartz crystal, and said molding has an absolute bulk density is 0.3-0.7 g/cc.

2. A method of manufacturing a molding of calcium silicate containing tobermorite and quartz and having high strength, from a calcareous material, a silicic material, and a fiber material, as raw materials, wherein the silicic material is formed of crystalline silica and amorphous silica mixed at a weight ratio of the amorphous silica to the total of the crystalline silica and the amorphous silica, of 0.2-0.8, the fiber material consists of alkali-proof glass fiber and pulp, the calcareous material and the silicic material are added such that the CaO/-SiO₂ molar ratio is 0.6-0.9, and the fiber material is added such that the amount of each of the alkali-proof glass fiber and the pulp is 2-10 wt%, comprising the steps of:

(a) mixing all of the calcareous material, and part or all of the non-crystalline silica of the raw materials, with water to form a slurry having a temperature of 50°C;

- (b) making said slurry into a gel by heating said slurry at a temperature of 80°C. or higher at atmospheric pressure;
- (c) uniformly mixing said gel obtained in the above step (b) with the rest of said raw material;
- (d) molding a mixture obtained in the above step (c) by dehydration at a pressure of 3-30 kg/cm² to form a molding; and
- (f) pressurizing and heating the molding obtained in the above step (d) in an autoclave under a saturation vapor pressure, at a temperature of 140°-200°C., for 2-18 hours until the Ti/Qi ratio measured by powder-X-ray diffraction is 0.1-1.0, wherein Ti represents an intensity of the X-ray diffraction of a (002) face of tobermorite crystal, and Qi represents an intensity of the X-ray, diffraction of a (101) face of quartz crystal, respectively.

(page 5 upper left column line 2 to upper right column line 14)

The following will explain Examples 1 to 4 and comparisons 1 to 3.

2.47 kg of quicklime powder was introduced into 8.65 kg of hot water having temperature of 90°C., and slacked, so that milk of lime was obtained. The obtained milk of lime was cooled at temperature of 32°C. Thereafter, 0.67 kg of diatomaceous earth fine powder (325 mesh whole-under) was added to the cooled milk of lime, and cold water was added thereto such that the 40 water/solid weight ratio was set to 3.5, and was uniformly mixed. Thereafter, the mixture was heated in a warm bath, and gelled at temperature of 80° to 92°C. for two hours. After gelation, the gelled substance was cooled to 60°C. Then, 2.02 kg of silica powder (Toyane Silica powder 250

mesh under), 0.67 kg of diatomaceous earth powder, and 0.37 kg of alkali proof glass fiber, and 0.37 kg of pulp were added thereto, and uniformly mixed for two minutes by the omni type mixer. The compositions of this mixture were as follows:

CaO/SiO₂ molar ratio: 0.83

amorphous silica/(crystalline silica + amorphous silica): 0.4

alkali proof glass fiber compounding ratio: 5%

pulp compounding ratio: 5%.

The mixture was introduced into the metal mold having an inner size of 610×1220mm, and dehydrated at 12.0 kgf/cm² to obtain a molding. The thickness of the molding drawn from the metal mold was 18 mm. The molding was put in the autoclave and reacted for a predetermined time at temperature of 180°C. under saturated aqueous vapor, taken out of the autoclave, and dried in an absolute dry manner at 105°C. by a dryer. The bulk density of the dried product was 0.54 to 0.56 g/cc. However, the size and the thickness of the product were unchanged, that is, 610×1220 mm of the size and 18 mm of the thickness.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-237051

⑤ Int. Cl.⁵

C 04 B 28/18
C 01 B 33/24
C 04 B 14/42

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

2102-4G
6750-4G

⑬ 公開 平成3年(1991)10月22日

※

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 11 頁)

⑭ 発明の名称 高強度珪酸カルシウム成形体及びその製造方法

⑮ 特 願 平2-30597

⑯ 出 願 平2(1990)2月9日

⑰ 発 明 者 中 野 昌 之 東京都江東区豊洲1丁目1番7号 小野田セメント株式会
社中央研究本部内

⑰ 発 明 者 倉 本 亮 三 東京都江東区豊洲1丁目1番7号 小野田セメント株式会
社中央研究本部内

⑰ 発 明 者 乙 崎 重 郎 東京都江東区豊洲1丁目1番7号 小野田セメント株式会
社中央研究本部内

⑰ 出 願 人 小野田セメント株式会 山口県小野田市大字小野田6276番地
社

⑰ 代 理 人 弁理士 鈴 江 武 彦 外4名
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

高強度珪酸カルシウム成形体
及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) トバモライト、C-S-H及び石英が混在し、補強材としてガラス繊維及びバルブをそれぞれ2～10重量%含む成形体であって、該成形体を粉末X線回折したときのTi/Qi比が0.1～1.0であり、絶乾かさ密度が0.3～0.7g/ccである高強度珪酸カルシウム成形体。(ただし、Ti及びQiは、それぞれトバモライト結晶の(002)面、石英結晶の(101)面のX線回折強度を示す。)

(2) 石灰質原料と珪酸質原料と繊維とからなり、石灰質原料と珪酸質原料との配合比がCaO/SiO₂モル比で0.6～0.9とし、珪酸質原料は結晶質シリカと非晶質シリカよりなりかつ結晶質シリカと非晶質シリカとの比率が非晶質シリカ/(結晶質シリカ+非晶質シリカ)の

重量比で0.2～0.8とし、繊維は耐アルカリガラス繊維とバルブよりなりかつ各々の配合比が2～10重量%としたものを原料としたもので、まず石灰質原料と非晶質シリカの少なくとも一部とを水と混合して50℃以下のスラリーとし、このスラリーを80℃以上の温度に加熱してゲル化し、ここに得られたゲル状物を耐アルカリガラス繊維を含む残余の原料とともに均一に混合し、この混合物を圧力3～30kgf/cm²で脱水成形して成形体を得て、この成形体をオートクレーブ中で加熱反応し、これにより得られる成形体を粉末X線回折したときのTi/Qi比を0.1～1.0とすることを特徴とする高強度珪酸カルシウム成形体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、高強度珪酸カルシウム成形体及びその製造方法に関する。

(従来技術)

石灰質原料と珪酸質原料とを水熱合成して得ら

れる珪酸カルシウムの成形体は、軽量で高強度、耐熱性、不燃性に優れた性質をもった材料として、建材などに広く使用されている。また最近、このような珪酸カルシウムの性質を利用して、天然の木材に類似したかさ比重、強度、切削、切断、研磨等の加工性、ネジ釘保持性、接着性などの特性を有するようにする各種の提案もなされている。

しかしながら、現実には、上記のような各種の特性を併せ持つようにすることは容易でなく、かかる建材の製造は、いまだ実現に至っていないのが実情である。従来、この種の材料としては、ゾノトライトのマトリックスをガラス繊維で補強したものがその代表的なものであるが、これだけのものではガラス繊維とゾノトライトとの接着力が弱いため、通常これに5～10重量%の合成樹脂を加え、接着力を増強している。確かに、こうしたものはガラス繊維との強い接着力が得られて、曲げ強度は満足できるようになっていたが、この場合は数%の合成樹脂が中に存在するために燃え易く、不燃性、耐熱性が著しく劣り、また、この

— 3 —

モル比で0.6～0.9とし、珪酸質原料は結晶質シリカと非晶質シリカよりなりかつ結晶質シリカと非晶質シリカとの比率が非晶質シリカ/(結晶質シリカ+非晶質シリカ)の重量比で0.2～0.8とし、繊維は耐アルカリガラス繊維とバルブよりなりかつ各々の配合比が2～10重量%としたものを原料としたもので、まず石灰質原料と非晶質シリカの少なくとも一部とを、水と混合して50℃以下のスラリーとし、このスラリーを80℃以上の温度に加温してゲル化し、ここに得られたゲル状物を耐アルカリガラス繊維を含む残余の原料とともに均一に混合し、この混合物を圧力3～30 kgf/cm²で脱水成形して成形体を得て、この成形体をオートクレーブ中で加熱反応し、これにより得られる成形体を粉末X線回折したときのTi/Qi比を0.1～1.0とすることを特徴とする高強度珪酸カルシウム成形体の製造方法(請求項2)(ただし、Ti及びQiは、それぞれトバモライト結晶の(002)面、石英結晶の(101)面のX線回折強度を示す。)である。

— 5 —

ものの加工性も木材と比較してかなり低下したもののとなっていた。

(発明が解決しようとする課題)

この発明は、合成樹脂を配合することなく、ガラス繊維及びバルブを使用して、これらが分散して強固に固着された高強度珪酸カルシウムを得ることによって、天然木材に一層類似した不燃性の建材を得ようとするものである。

(課題を解決するための手段)

この発明は、トバモライト、C-S-H及び石英が混在し、補強材としてガラス繊維及びバルブをそれぞれ2～10重量%含む成形体であって、該成形体を粉末X線回折したときのTi/Qi比が0.1～1.0であり、絶乾かさ密度が0.3～0.7 g/ccである高強度珪酸カルシウム成形体(ただし、Ti及びQiは、それぞれトバモライト結晶の(002)面、石英結晶の(101)面のX線回折強度を示す。)(請求項1)及び石灰質原料と珪酸質原料と繊維とからなり、石灰質原料と珪酸質原料との配合比がCaO/SiO₂

— 4 —

以下に、これらの発明をさらに説明する。

本願の第1発明の高強度珪酸カルシウム成形体は、トバモライト、C-S-H及び石英が混在している珪酸カルシウムのマトリックスに、ガラス繊維及びバルブが分散して固着されているものである。ここにおけるガラス繊維及びバルブは、各々内割で2～10%の範囲である。これが2%未満であると強度が充分でなく、また10%を超えてもその割に強度が向上しない。

さらに、成形体を構成する珪酸カルシウムの粉末X線回折を行ったときの、Ti/Qi比(ただし、Ti及びQiは、それぞれトバモライト結晶の(002)面、石英結晶の(101)面のX線回折強度を示す。)(請求項1)が0.1～1.0であり、絶乾かさ密度が0.3～0.7 g/ccで、珪酸カルシウムのマトリックス自体の強度が高いことが必要である。

珪酸カルシウムに補強材を加えて天然木材に類似した材料を得ようとする場合、補強材としてはガラス繊維が最適とされている。しかしながら、

— 6 —

ガラス繊維を用いて珪酸カルシウム基材が強度発現するためには、珪酸カルシウムのマトリックス自体の強度が高いこと、珪酸カルシウムのマトリックスとガラス繊維との接着強度が高いこと、補強材のガラス繊維が浸蝕されて強度が低下しないこと、などが必要になる。

本願発明者らは、各種の実験を通して、珪酸カルシウムのマトリックスが、C-S-H及び石英とで出来ているときは、マトリックスの強度が弱く、マトリックスとガラス繊維との接着も不十分となって、曲げ破壊の際にガラス繊維がマトリックスから引き抜かれ、所望の強度が得られないことを確認した。また、マトリックスの大部分がトバモライト結晶となっている場合は、ガラス繊維の強度が低下し、曲げ破壊に際しマトリックスの破壊と同時に、またはそれ以前にガラス繊維が破壊し、ガラス繊維の補強効果を示さないことを確かめた。これに対して、マトリックスにトバモライト、C-S-H及び石英が混在し、これにガラス繊維が固着しているものは、マトリックスの

— 7 —

まず、原料の中の石灰質原料についていえば、これは消石灰、生石灰、石灰乳などいずれでもよい。珪酸質原料としては、結晶質シリカと非晶質シリカを用い、その比率が非晶質シリカ/(結晶質シリカ+非晶質シリカ)の重量比で0.2~0.8の範囲とする。この範囲を外れると、本発明の目的とする高強度の珪酸カルシウム成形体を得ることができない。結晶質シリカとしては、通常の珪石粉末を用いることができ、非晶質シリカとしては、珪藻土、弗石、シリカフラワーなどが例示できるが、珪藻土が好ましい。その粒度は50 μ m以下がよい。石灰質原料と珪酸質原料の配合比は、CaO/SiO₂モル比で0.6~0.9とする。この範囲を外れると、本発明の目的とする製品が得られない。さらにいえば、これが0.6未満ではトバモライトの生成が困難であり、0.9を超えるとガラス繊維が浸蝕されるので、所望の曲げ強度の製品が得られない。CaO/SiO₂モル比でさらに好ましい範囲は0.7~0.85である。

— 9 —

強度が高いとともに、マトリックスとガラス繊維の接着強度、ガラス繊維自身の強度が、いずれも高いレベルにあることを見出したものである。そして、特にマトリックスの強度については、 T_i/Q_i 比(ただし、 T_i 及び Q_i については前記の通り)が0.1~1.0で高い強度を示し、これを外れると強度が低下することを確認した。

さらに、成形体の切断、切削、研磨、ネジ釘の保持力など、材料の加工性、施工性の改善のためには、前記マトリックスに対して2~10重量%のバルブが固着されていることが必要である。これが2%未満では効果なく、10%を超えても効果はあまり上がらないだけでなく、不燃性が著しく低下する。

なお、絶乾かさ密度は、0.3未満では必要なネジ釘保持力が期待できず、また0.7を超えると、釘打ちや切断、切削加工などが困難となるので、0.3~0.7g/ccとする。

請求項2の発明は、請求項1の発明の珪酸カルシウム成形体の製造方法である。

— 8 —

ガラス繊維は耐アルカリガラス繊維で、これを適当な長さに切断したチョップドストランドを用いるとよい。その配合比は2~10重量%である。これが2重量%未満であると所望の補強効果が得られず、10重量%を超えると成形が困難となる一方、補強効果もさして上がらない。ガラス繊維とともにバルブを用いる。バルブは、ガラス繊維との併用によりガラス繊維の分散性を改善し補強効果を示す外、製品の加工性、施工性を大幅に改善するのに寄与する。通常の木材バルブを湿式又は乾式で離解して使用する。この配合比は、2重量%未満では前記の効果は得られず、10重量%を超えると製品の不燃性が著しく低下する一方、前記効果の向上がそれほどみられない。

これらの原料の配合は、前記原料の中の石灰質原料と非晶質シリカの少なくとも一部とを、水と混合してスラリーとする。この際、非晶質シリカの添加割合としては、非晶質シリカ/(結晶質シリカ+非晶質シリカ)比で0.2~0.8の範囲とすることが好ましい。これが低いとゲル化後の

— 10 —

ゲルの強度が弱くて、脱水成形後の脱型時における保形性が不十分で、ハンドリングが困難となる。また、この比が大きくなると、脱水成形時圧力が上がり過ぎて、製造上好ましくない。また、石灰質原料の添加は、非晶質シリカに対して、 $\text{CaO} / \text{SiO}_2$ モル比で0.8以上とすることが好ましい。これが0.8モル未満ではゲル化があまり進行しないからである。なお、この場合、石灰質原料の全部を添加してもよいことはもちろんである。ここでパルプを添加することは、原料の沈降分離を防ぐので好ましいが、耐アルカリ繊維の添加は、遊離石灰により浸蝕されるので好ましくない。水／固体重量比については、特別な規制は必要ないが、3～10の範囲が良好である。水比がこの程度でゲル化も十分進行し、またゲルの膨潤も大きくなり過ぎることがない。原料混合物の混合を行なう際に必要なことは、50℃以下の温度で行うことである。50℃を超えた温度で混合を行うと、その後のオートクレープでの反応でトバモライトの生成が著しく遅延して、所期の

— 11 —

るが、その圧力は3～30 kgf / cm^2 が適当である。これが3 kgf / cm^2 未満であると、脱型後の保形性がよくなく、移送時に変形などを起こし、30 kgf / cm^2 を超えると、加圧養生後の成形体に層状のクラックが発生しやすい。型枠は任意のものが使用できるが、製品の厚みは出来れば、100 mm以内が好ましい。あまり厚いと反応の均一性が損なわれる恐れがある。ここで成形された成形体の水／固体重量比は、通常1.0～3.0の範囲にあるが、この場合、その後の反応及び乾燥した製品のカサ密度は、ほぼ0.3～0.7 g / cc となる。

上記の成形体を、次にオートクレープ中で加熱反応する。反応条件としては、飽和水蒸気圧下で、温度は通常140～200℃の範囲で行う。140℃未満ではトバモライトの生成が著しく遅延し、200℃を超えると一部ソノトライトが生成し、製品の強度が低下するためいづれも好ましくない。経済性と品質の安定性の両面からすると、160～195℃の範囲で反応を行なわせるこ

— 13 —

製品が得られなくなる恐れがある。この理由は、恐らく50℃を超える高温で石灰質原料と非晶質シリカとを混合すると、トバモライトに転移し難いC-S-Hが多く生成するためであろうと推測される。ゲル化を行なう際は、常圧下で80℃以上とし、ゲル化時間は非晶質シリカの反応性にも左右されるが、通常1～5時間である。ゲル化時間の攪拌は間欠的に行うことが好ましい。

こうして得られたゲルに残りの原料を加え、これを均一に混合する。ここに於ける残りの原料は、使用する原料からゲル化前に加えた原料を除いたものであり、この中には耐アルカリガラス繊維が常に含まれる。水もさらに加えられるが、ここの水／固体重量比も特に規制されない。繊維質原料を均一に混合するためには、前記水比が2.0～4.0の範囲が適当である。ここで使用される混合機としては、拡散混合型のものが好ましく、一例としてはオムニ型ミキサーがあげられる。この場合の混合時間は、5分以内で十分である。この混合物は、その後金型に入れて加圧脱水成形す

— 12 —

とがより好ましく、さらに好ましくは170～190℃の範囲である。反応時間は、反応後の成形体の粉末X線回折を行った場合のTi / Q比が0.1～1.0の範囲となる条件に設定するが、本発明実施例1～4の例でいえば、180℃の温度で3～8時間の範囲であり、160℃の温度の場合5～18時間、195℃の温度の場合2～6時間の範囲となる。もちろん、本発明ではこれらの温度と時間に限定されるものではない。合成後の硬化体は乾燥し、最終製品とする。

(発明の効果)

以上の本発明による珪酸カルシウム成形体は、カサ密度が0.3～0.7 g / cc と軽量で、比強度＝(曲げ強度) / (カサ密度)²が260以上であり、切断、切削、研磨等の加工性が容易で、加工時の発塵もなく、しかもビスねじの保持力も大きいものとなる。さらに、製品表面あるいは内部には、亀裂、フクレ、気孔などもなく、不燃性、耐熱性、寸法安定性などにも優れ、壁材、間仕切材、床材、断熱材などとして幅広く使用されるも

— 14 —

のとなる。

実施例 1～4 及び比較例 1～3。

生石灰粉末 2.47 kg を 90℃ の温水 8.65 kg の中に投入し消化させ石灰乳を得た。この石灰乳を 32℃ に冷却した後に、珪藻土微粉末（325 メッシュ全通）0.67 kg を添加し、水／固体重量比が、3.5 となるように冷水を追加した後に均一に混合した。その後、温浴上で加熱し、80～92℃ で 2 時間ゲル化を行った。ゲル化後、これを直ちに 60℃ まで冷却し、珪石粉末（鳥屋根珪石 250 メッシュ全通）2.02 kg、珪藻土微粉末 0.67 kg 及び耐アルカリガラス繊維 0.37 kg を添加し、オムニ型ミキサーで 2 分間均一に混合した。この混合物の組成は次の通りであった。

CaO / SiO₂ モル比 …… 0.83
非晶質シリカ / (結晶質シリカ + 非晶質シリカ)
(この中の 1/2 づつをゲル化の
前後に分けて添加した)

…… 0.4

耐アルカリガラス繊維配合率 …… 5%

バルブ配合率 …… 5%

この混合物を、内寸法 610 × 1220 mm の金型に投入して、12.0 kgf / cm² で脱水成形した。この成形体の脱型後の厚みは 18 mm であった。次に、これをオートクレーブに入れ、飽和蒸気圧下で 180℃ で所定時間反応させてオートクレーブより取り出し、乾燥機を用い 105℃ で絶乾に乾燥した。乾燥後の製品のカサ密度は 0.54～0.56 g / cc で、サイズは 610 × 1220 mm、厚さは 18 mm で、寸法変化はなかった。

また、この実施例 1 の SEM 写真を、第 1 図示す。この写真には、石英の表面全体が白色の粒子凝集体を呈している C-S-H で覆われており、所々にトバモライトが生成しているのが認められ

— 15 —

る。

これら製品の物性測定結果を第 1 表に示す。

なお、同表には比較例を示したが、これは Ti / Qi が 0.1～1.0 の範囲外となるように造られたものである。

第 1 表に示されている曲げ強度は、JIS A 1408 によった。ただし、試験体の寸法は、幅 80 mm × 長さ 180 mm × 厚さ 15 mm で、スパン長は 100 mm とした。燃焼性は、JIS A 1321 に従った。

切削性は、製品の略中央に近い部分から、長さ (X) 50 mm × 幅 (Z) 10 mm × 厚さ (Y) 50 mm の大きさの試験体を切り出し、第 2 図に示すような刃角 28° の刃物を用いて、切り込み量 1 mm で切削速度 20 mm / min で切削し、切削屑が連続したものを○、不連続のものを×、中間的なものを△として判定した。

— 17 —

— 16 —

第 1 表

実施例 と比較例		オートクレーブ 定圧時間 (hr)	S E M 観察結果	X線回折 Ti/Qiピーク強度比 (-)	かさ密度 ρ (g/cc)	曲げ強度 σ (kgf/cm ²)	比強度 σ/ρ^2 (-)	燃 焼 性	切 削 性
実施例	1	3	C-S-H, トバモライト, 石英が認められる	0.15	0.54	86	295	難燃1級	○
	2	4	C-S-H, トバモライトが 認められる	0.42	0.55	118	390	難燃1級	○
	3	5	C-S-H, トバモライトが 認められる	0.58	0.54	97	333	難燃1級	○
	4	8	C-S-H, トバモライトが 認められる	0.97	0.56	84	268	難燃1級	○
比較例	5	2	C-S-H, トバモライトが 認められる	0.08	0.56	52	166	難燃1級	×
	6	10	大部分が トバモライトである	1.12	0.54	63	216	難燃1級	△
	7	15	大部分が トバモライトである	1.45	0.55	46	152	難燃1級	×

- 18 -

実施例 5.

オートクレーブの反応時間を5時間30分とした以外は実施例1と同様な方法により製品を得た。実施例5にかかる珪酸カルシウム成形体のマトリックスのSEM写真を第3図に示す。この第3図によると、トバモライト、C-S-Hが混在しているのが分かる。実施例5の珪酸カルシウム成形体のマトリックスの、粉末X線回折チャートを第4図に示す。ここに示されるように、トバモライト及び石英のピークがみられ、トバモライトの(002)面($2\theta = 7.82^\circ$)及び石英の(101)面($2\theta = 26.65^\circ$)の強度比をTi, Qiとすると、Ti/Qiは0.64であった。また、この実施例5のものを曲げ破壊し、その破断面のガラス繊維及びバルブのSEM写真を、第5図(A)および(B)、第6図(A)および(B)に示す。

第5図(A)には、ガラス繊維の表面が珪酸カルシウムの基材で覆われている状態がよく示されている。同図(B)は、第5図(A)に示したガ

ラス繊維の中の1本をさらに拡大して示したものであるが、これによれば、ガラス繊維の表面にC-S-Hとトバモライトが固着していることが分かり、これによって基材とガラス繊維とが強固に固着されていることが分かる。第6図(A)は、上記と同種の破断面を示すものであるが、ここにはバルブの表面が珪酸カルシウムの基材で覆われている状態が示されている。同図(B)は、第6図(A)に示したものをさらに拡大して示したものであるが、これによれば、表面にC-S-Hと一部ではあるがトバモライトが固着していることが分かり、これによって基材とバルブとが強固に固着されていることが分かる。

実施例 6~8 及び比較例 4~6.

非晶質シリカの比率及び添加方法を変えた以外は実施例4と同様な方法により製品を得た。結果を第2表に示す。比較例4~6についても同様に行なった。

- 19 -

- 20 -

第 2 表

実施例 と比較例		非晶質シリカ/ (結晶質シリカ+ 非晶質シリカ)	非晶質シリカの添加方法		かさ密度 ρ (g/cc)	曲げ強度 σ (kgf/cm ²)	比 強 度 σ/ρ^2 (-)	備 考
			ゲル化前	ゲル化後				
実施例	6	0.2	0.2	0	0.54	79.6	273	
	7	0.6	0.2	0.4	0.55	94.4	312	
	8	0.8	0.2	0.6	0.55	81.1	268	
比較例	4	0.1	0.1	0	—	—	—	脱型後の保形性が弱く ハンドリング不可
	5	0.9	0.5	0.4	0.55	45.1	149	製品に層状のキレツ 多数有り
	6	0.9	0.2	0.7	0.54	49.4	171	

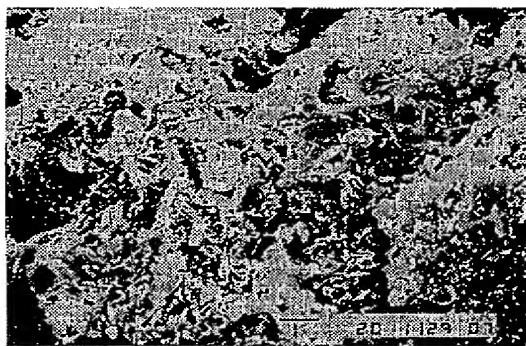
— 2 1 —

4. 図面の簡単な説明

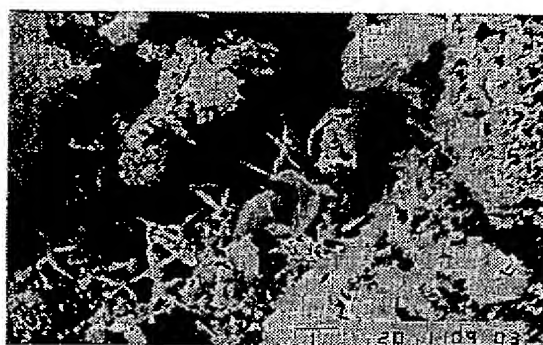
第1図は、実施例1の珪酸カルシウム成形体のSEM写真、第2図は、この発明になる珪酸カルシウム成形体の切削性を試験するための方法を示した説明図、第3図は、実施例5の珪酸カルシウム成形体のSEM写真、第4図は、実施例5の珪酸カルシウム成形体の粉末X線回折チャート、第5図(A)、(B)及び第6図(A)、(B)は、実施例5の珪酸カルシウム成形体を曲げ破壊したものの破断面のガラス及びバルブのSEM写真。

出願人代理人 弁理士 鈴江武彦

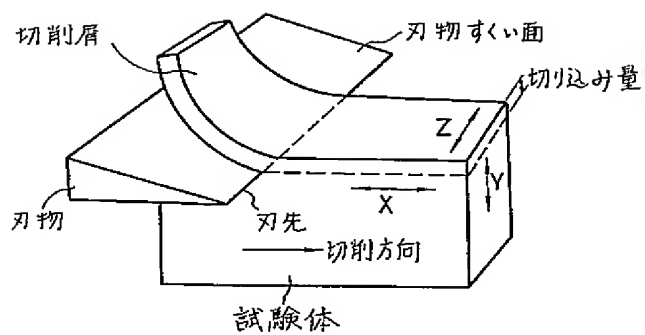
— 2 2 —



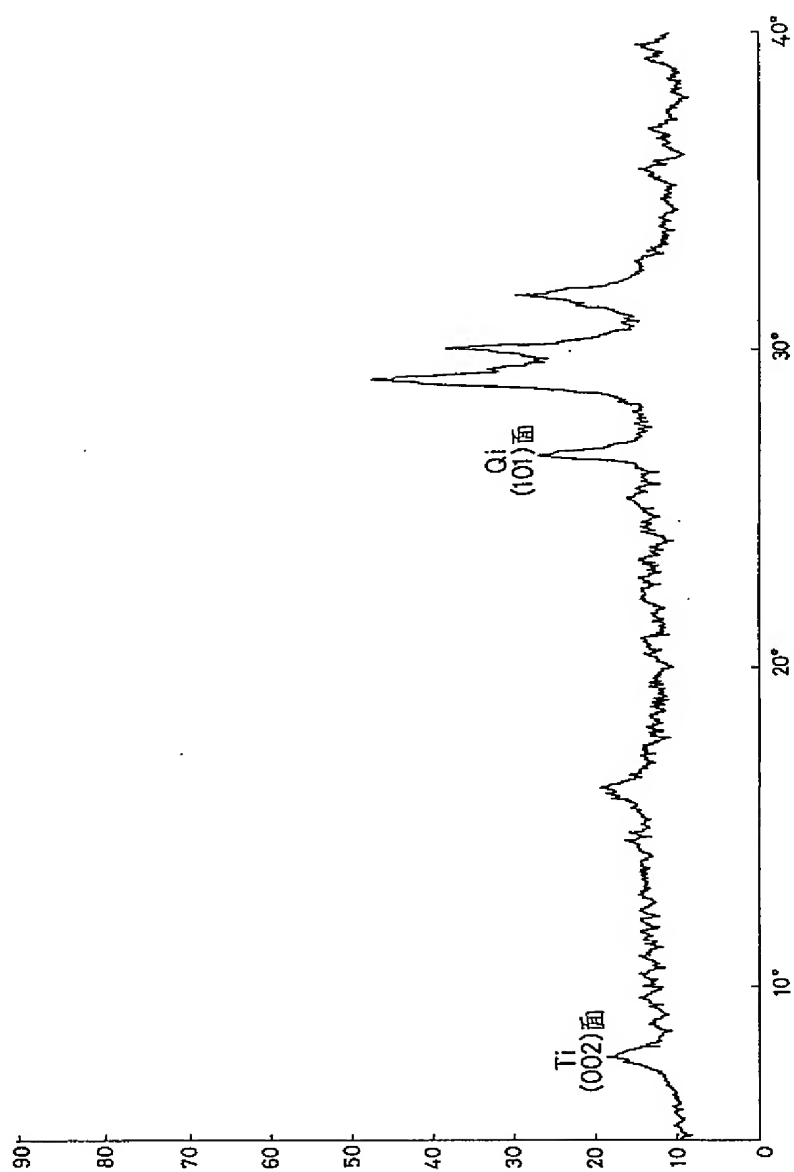
第 1 図



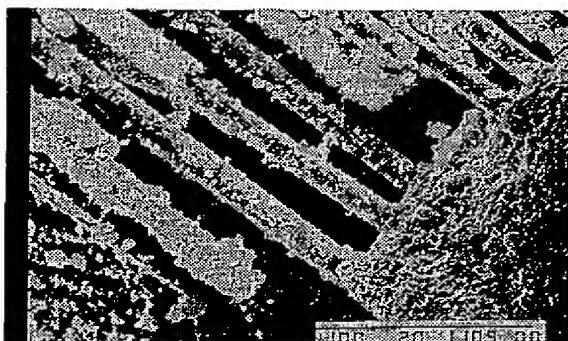
第 3 図



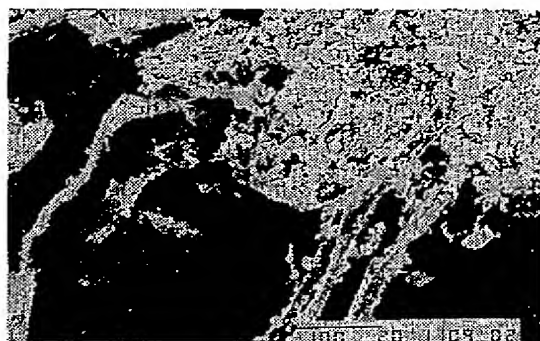
第 2 図



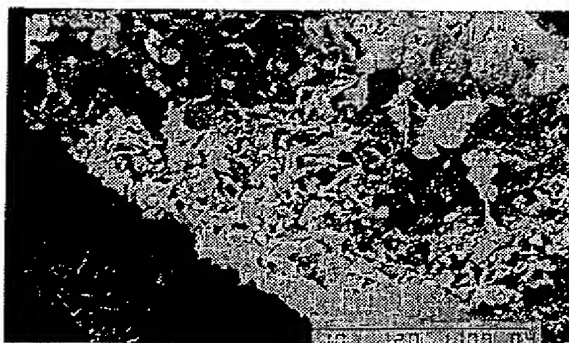
第 4 図



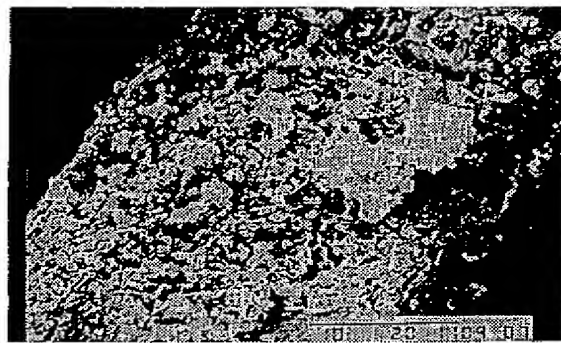
第 5 図 (A)



第 6 図 (A)



第 5 図 (B)



第 6 図 (B)

第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁵

C 04 B 16/02
40/00

識別記号

A

庁内整理番号

2102-4G

⑫発明者	金子	勝秋	東京都江東区豊洲1丁目1番7号	小野田セメント株式会社中央研究本部内
⑫発明者	柴崎	英夫	東京都江東区豊洲1丁目1番7号	小野田セメント株式会社中央研究本部内
⑫発明者	田村	典敏	東京都江東区豊洲1丁目1番7号	小野田セメント株式会社中央研究本部内

手続補正書(方式)

平成2年6月28日

特許庁長官 吉田文敏 殿

1. 事件の表示

特願平2-30597号

2. 発明の名称

高強度珪酸カルシウム成形体及びその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(024) 小野田セメント株式会社

4. 代理人

東京都千代田区霞が関3丁目7番2号

〒100 電話 03(502)3181(大代表)

(5847) 弁護士 鈴江 武彦

5. 補正命令の日付

平成2年5月29日

6. 補正の対象

明細書

7. 補正の内容

(1) 明細書第22頁第3行目に「SEM写真」とあるを「結晶構造を示すSEM写真」と補正する。

(2) 同じく第22頁第6行目に「SEM写真」とあるを「結晶構造を示すSEM写真」と補正する。

(3) 同じく第22頁第10行目に「SEM写真」とあるを「各繊維形状のSEM写真」と補正する。

方式表 (古川)



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第3部門第1区分
【発行日】平成6年(1994)3月15日

【公開番号】特開平3-237051
【公開日】平成3年(1991)10月22日
【年通号数】公開特許公報3-2371
【出願番号】特願平2-30597
【国際特許分類第5版】

C04B 28/18 7305-4G
C01B 33/24 101 6750-4G
C04B 14/42
16/02 A 2102-4G
40/00

手続補正書

平成5年6月22日

特許庁長官 麻 生 渡 殿

7. 補正の内容

(1) 明細書の15頁、12～13行の「及び耐アルカリ
ガラス繊維0.37kgを」を、「耐アルカリガラス繊維0.
37kg及びバルブ0.37kgを」と訂正する。

1. 事件の表示

特 願 平 2 - 3 0 5 9 7 号

出願人代理人 鈴江武彦

2. 発明の名称

高強度珪酸カルシウム成形体及びその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(024) 小野田セメント株式会社

4. 代 理 人

東京都千代田区篠が関3丁目7番2号

鈴 榮 内 外 國 特 許 事 務 所 内

〒100 電話03(3502)3181(大代表)

(5847) 弁理士 鈴 江 武 彦



5. 自 発 補 正

6. 補正の対象

明 細 書